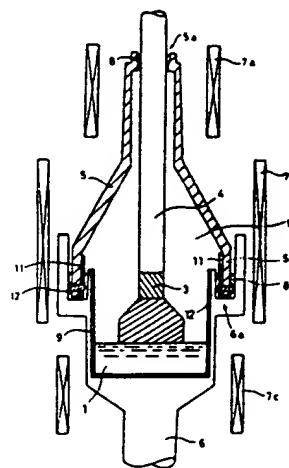


JP 404193085 A
JUL 1992**(54) APPARATUS FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL**

(11) 4-198085 (A) (43) 17.7.1992 (19) JP
(21) Appl. No. 2-332167 (22) 28.11.1990
(71) SUMITOMO ELECTRIC IND LTD (72) JUN KONO(2)
(51) Int. Cl.⁶ C30B15/00, C30B27/02

PURPOSE: To prevent the leakage of vapor of volatile component, etc., even after the continuous use over a long period by placing a protection member on the coating surface of a leg part of a gas-tight vessel, thereby preventing the corrosion of the coating face.

CONSTITUTION: A crucible 9 for holding a molten liquid 1 of a compound is placed on a susceptor 6 and sealed with a gas-tight vessel 5. A pulling shaft 4 having a seed crystal 3 attached to the lower end is passed through a liquid reservoir 5a formed at the top of the gas-tight vessel 5. The crucible 9 is covered with the leg part 5b of the vessel 5 fitting to a ring-shaped groove 6a formed at the top circumference of the susceptor 6. The gaps between the pulling shaft 4 and the ring-shaped groove 6a and the liquid reservoir 5a are sealed with a sealant 8 to form a sealed growth chamber 10 above the crucible 9 sealed with the susceptor 6 and the gas-tight vessel 5. A protection member 11 is attached to the leg part 5b of the gas-tight vessel 5 and a coating layer for keeping the gas-tightness is applied to the inner surface of the gas-tight vessel 5.



⑬ Int. Cl.³C 30 B 15/00
27/02

識別記号

Z

庁内整理番号

8924-4G
8924-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)7月17日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 単結晶製造装置

⑯ 特 願 平2-332167

⑰ 出 願 平2(1990)11月28日

⑱ 発 明 者 河 野 純 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑲ 発 明 者 龍 見 雅 美 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑳ 発 明 者 沢 田 真 一 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

㉑ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

㉒ 代 理 人 弁理士 深見 久郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

単結晶製造装置

2. 特許請求の範囲

揮発性成分を含む化合物の単結晶をチョクラルスキ法で製造するための単結晶製造装置において、
前記化合物の融液を収容するためのるつぽと、
前記るつぽを載置するためのサセプタと、
前記サセプタの周囲に、封止剤を貯留するため形成された環状の溝と、

前記るつぽを覆い、脚部が前記環状の溝に貯留された封止剤に漬けられ、かつ前記揮発性成分蒸気の通過を防止するためのコーティング面が形成されることにより、前記るつぽを前記サセプタとともに密封する気密容器とを備え、

前記気密容器脚部のコーティング面上に前記コーティング面の侵蝕を防止するための保護部材が設けられていることを特徴とする単結晶製造装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、蒸気圧制御チョクラルスキ法により、揮発性成分を含む化合物の単結晶を育成する装置に関する。

〔従来の技術〕

蒸気圧制御チョクラルスキ法により単結晶を製造する従来装置の一例を第3図に示す。第3図に示す装置において、下部にはサセプタ6が回転可能に設けられ、サセプタ6上にはるつぽ9が載置されている。サセプタ6上部の周囲には、環状の溝6aが形成され、この溝の中には封止剤8が貯留されている。るつぽ9の中心上方には、単結晶を上げるための引上軸4が回転可能に設けられるとともに、その下端には種結晶3が取付けられている。この引上軸4を液溜5aで通し、るつぽ9を覆うように円錐体状の気密容器5が設けられている。気密容器5は、その脚部5bが上記環状の溝6aの中に嵌り込み、封止剤8に漬けられている。また、気密容器5の液溜5aと引上軸4との隙間も封止剤8により密封されている。このようにして気密容器5およびサセプタ6によつて

つば9は密封され、るつば上方に単結晶を成長させていくための密封された成長室10が形成されている。一方、気密容器5からサセプタ6にかけてその周囲には、ヒータ7a、7bおよび7cが設けられている。

上記のように構成される装置において、単結晶を引上げていくには、るつば9内で揮発性成分を含む化合物の融液1を調製し、上記融液に引上軸4下端の種結晶3を浸し、上記ヒータで温度制御を行ないながら引上軸4を回転上昇させて種結晶3を引上げていく。このとき、気密容器5とサセプタ6で密封された成長室10は、揮発性成分の雰囲気圧が所定の圧力で形成されている。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記装置において、気密容器5の表面は気密容器で密封する成長室内の揮発性成分等が外へ漏れることのないよう、PBN等によってコーティングされている。ところが、このようなコーティングで封止剤に漬けられている部分、たとえば気密容器5の脚部5bのコーティングは、何回も単結

晶の成長を行なっていく間に剥がれ落ちてしまうことがある。これは、気密容器5内を冷却する際、封止剤8が凝固収縮するためであると考えられる。このようにコーティングが剥がれ落ちてしまうと、反応室内の揮発性成分の蒸気が漏れ、単結晶の成長を安定して行なうことができなくなる。

この発明の目的は、上記問題点を解決し、長期間連続使用しても揮発性成分蒸気等の漏れが生じない単結晶製造装置を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

この発明に従う単結晶製造装置は、揮発性成分を含む化合物の単結晶をチョクラルスキ法で製造するための単結晶製造装置において、化合物の融液を収容するためのるつばと、るつばを載置するためのサセプタと、サセプタの周囲に、封止剤を貯留するため形成された環状の溝と、るつばを覆い、脚部が環状の溝に貯留された封止剤に漬けられ、かつ揮発性成分蒸気の通過を防止するためのコーティング面が内表面および外表面の少なくともいずれか一方に形成されることにより、るつば

をサセプタとともに密封する気密容器とを備え、気密容器脚部のコーティング面上にコーティング面の侵蝕を防止するための保護部材が設けられていることを特徴としている。

なお、この発明に従う保護部材の材質は、たとえばカーボン等を挙げることができる。

〔発明の作用効果〕

この発明に従う単結晶製造装置では、るつばを覆い、サセプタとともに上記るつばを密封する気密容器のコーティング面のうち、脚部のコーティング面上に保護部材が設けられている。この保護部材によって、脚部のコーティング面は封止剤の凝固収縮による侵食から守られる。従来装置では、上述したように気密容器脚部の封止剤に使っているコーティング面が剥がれ落ち、気密性が低下するという事態が生じていた。しかし、この発明に従う装置では、上記の如く保護部材でコーティング面が保護されているので、コーティング面の剥がれによる気密性の低下という事態は回避される。したがって、この発明に従う装置は、長期間連続

して結晶の育成を行なってもコーティング面が剥がれることがなく、揮発性成分の蒸気等の漏れが発生しない。このようにこの発明の装置は、耐久性に優れ、長期に亘って良質の単結晶を引上げることのできるものである。

〔実施例〕

第1図は、この発明に従う単結晶製造装置を示す断面図である。この装置は、前述した従来の装置と同様、化合物の融液1を収容するためのるつば9がサセプタ6上に載置され、気密容器5によって密封される構造のものである。気密容器5には従来と同様、液溜5aが形成され、下端に種結晶3が取付けられる引上軸4を通すとともに、その脚部5bがサセプタ6上部の周囲に形成された環状の溝6aに嵌るるつば9を覆っている。また、環状の溝6aならびに液溜5aと引上軸4との隙間は、従来と同様封止剤8により密封されている。このようにしてサセプタ6と気密容器5で密封されたるつば9の上方には、密封された成長室10が形成されている。さらに、気密容器5か

らサセプタ6にかけてその周囲には、ヒータ7a、7bおよび7cが設けられている。

このように構成される装置において、気密容器5の脚部5bには、図に示すように保護部材11が取付けられている。第2図は、保護部材11が取付けられた状態を示す拡大断面図である。第2図に示すとおり、気密容器5の脚部5bにおいて、その内壁にはL字形の保護部材11がねじ12によって取付けられている。保護部材11は、脚部5bの内壁に密着し、脚部5bの先端を覆っている。気密容器5の内側表面には、気密保持のためのコーティング層5cが形成されているが、このように保護部材11を設けることにより、コーティング層5cは環状の溝6aにおいて、封止剤8と接触しなくなる。また、封止剤8の表面より液滴が発生して気密容器5に付く可能性を考えて、封止剤8の表面から数センチ上の所まで気密容器5を保護部材11によって覆えば、液滴による侵食も防止することができる。

以上に示した装置を用いて、GaAs単結晶の

育成を行なった。装置において、るつぼは内径4インチのPBN製、気密容器はカーボン製で内径6.2インチ、肉厚0.4インチで、内壁にはPBNのコーティングが施してある。また、保護部材は円筒形状であり、内径6インチ、肉厚0.2インチのカーボン製である。原料として、GaAs多結晶1kgをるつぼにチャージした後、成長室内を5atmのAs雰囲気にし、ヒータでるつぼ内にチャージした原料を加熱熔融した。次に、引上軸を下降させて種結晶を融液に十分馴染ませたのち、ヒータによって結晶成長温度に調整し、引上軸の回転速度5rpm、サセプタの回転速度10rpm、引上軸の引上速度6mm/hrで、結晶を引上げていった。結晶の育成を10回繰返して行なったところ、得られた結晶の寸法はすべて60mmφ×120mm前後であった。気密容器のPBNコートのはがれはほとんど見られず、また、得られた結晶の単結晶化率は約80%と高い値であった。このようにこの発明に従う装置は、単結晶製造装置として高い性能を有している。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明に従う単結晶製造装置の一例を示す断面図である。第2図は、第1図に示す保護部材の取付け状態を示す拡大断面図である。第3図は、従来の単結晶製造装置の一例を示す断面図である。

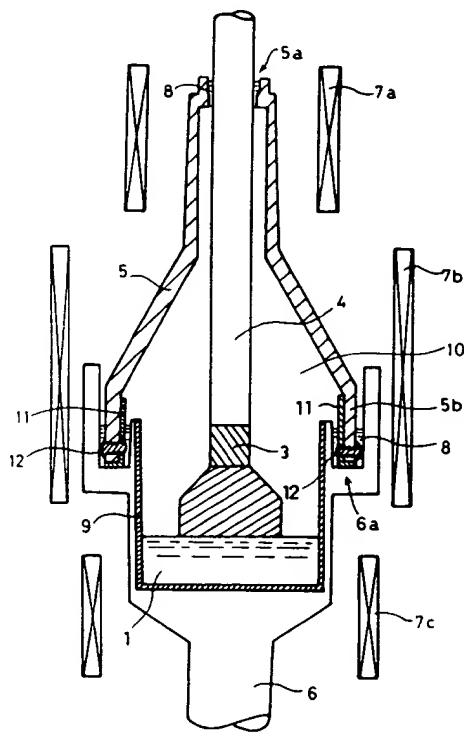
図において、1は融液、2は単結晶、3は種結晶、4は引上軸、5は気密容器、6はサセプタ、8は封止剤、9はるつぼ、10は成長室、11は保護部材、12はねじを示す。

特許出願人 住友電気工業株式会社

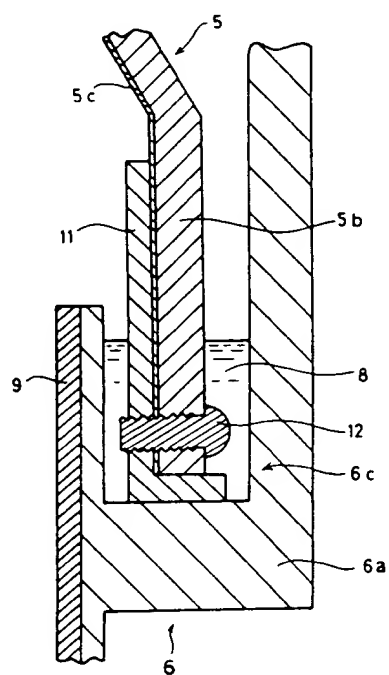
代理人 弁理士 深見 久郎

(ほか2名)

第 1 図



第 2 図



第 3 図

